

(51) Int. C1.7:

19 BUNDESREPUBLIK

® Offenlegungsschrift

__B-05-B-1/00

DEUTSCHLAND

® DE 100 00 691 A 1

// C12M 1/34



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

② Aktenzeichen:

100 00 691.4

2) Anmeldetag:

10. 1.2000

) Offenlegungstag:

26. 7. 2001

(71) Anmelder:

Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V., 80636 München, DE

(74) Vertreter:

Rösler, U., Dipl.-Phys.Univ., Pat.-Anw., 81241 München (72) Erfinder:

Kinkopf, Thomas, 66482 Zweibrücken, DE; Beutel, Hansjörg, 66440 Blieskastel, DE

56 Entgegenhaltungen:

DE 198 35 444 A1 US 59 92 769 A

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- Mikro-Düsen-System
- Beschrieben wird ein Mikro-Düsen-System mit wenigstens einem, eine Düsenöffnung, die einen Düsenöffnungsquerschnitt im Mikrometerbereich aufweist und durch die ein gasförmiger oder flüssiger Stoffstrom einoder ausbringbar ist, umschließenden Düsenkörper. Die Erfindung zeichnet sich dadurch aus, da der Düsenkörper ein Volumen umschließt, in das wenigstens ein Ende eines Hohlkanals mündet, und dass ein anderes Ende des Hohlkanals mit einem Anschlußbereich verbunden ist, an dem eine Druckquelle zum Transport des Stoffstromes durch den Hohlkanal anschließbar ist.

Beschreibung

Technisches Gebiet

Die Erfindung bezieht sich auf ein Mikro-Düsen-System 5 mit wenigstens einem, eine Düsenöffnung, die einen Düsenöffnungsquerschnitt im Mikrometerbereich aufweist und durch die ein gasförmiger oder flüssiger Stoffstrom ein- oder ausbringbar ist, umschließenden Düsenkörper. Ferner wird ein Verfahren zur Herstellung eines derartigen Mikro-Düsen-Systems beschrieben.

Stand der Technik

Mikro-Düsen-Systeme der vorstehend genannten Gattung, deren Baugrößen Mikrometerbereich liegen, eignen sich bevorzugt zur Handhabung und Manipulation kleiner Gegenstände, wie beispielsweise biologische Zellen. Es ist beispielsweise möglich, an Düsenöffnungen der Mikro-Düsen einen Unterdruck anzulegen, durch den eine, in einer 20 Suspension gelöste biologische Zelle an die Düsenöffnung gesaugt und räumlich fixiert wird. Mittels optischer Sichtung mit Hilfe eines, auf die Ebene der Düsenöffnung fokussierten Mikroskops ist es zudem möglich, die räumlich fixierte biologische Zelle in gewünschter Weise zu beobachten bzw. zu manipulieren.

Neben der Untersuchung und Handhabung kleinster Gegenstände gestatten Mikro-Düsen-Systeme darüberhinaus auch durch Austrag eines bestimmten Stoffstromes durch die Düsenöffnung eine gezielte Stoffdeponierung in kleinste 30 Raumbereiche. Durch eine feldartige bzw. array-förmige Anordnung von einer Vielzahl einzelner Düsen ist es überdies möglich, unterschiedlichste Stoffströme miteinander in Mischung zu bringen, um auf diese Weise Stoffmischungen auch in kleinsten Raumbereichen zu generieren.

Die Herstellung derartiger Mikro-Düsen-Systeme ist jedoch mit einem sehr hohen technischen und kostenintensiven Aufwand verbunden, so dass ihr Einsatz, insbesondere im großtechnischen Maßstab, bislang als unwirtschaftlich anzusehen ist. Überdies erlauben es bekannte Mikro-Düsen- 40 Systeme nicht, unterschiedliche Stoffströme getrennt voneinander durch benachbart angeordnete Düsenöffnungen auszutragen, zumal sich bekannte Mikro-Düsen-Systeme lediglich auf, mit kleinsten Löchern perforierte Membranen beschränken, durch die entweder ein einheitlicher Stoff- 45 strom ausgetragen werden kann oder an denen ein einheitlicher Unterdruck angelegt werden kann. Hierbei überspannt lediglich die perforierte Membran ein abgeschlossenes Volumen, das seinerseits mit einer entsprechenden Druckquelle verbunden ist, vermittels der entweder ein Stoffstrom 50 Druckquelle anschließbar ist. in das Volumen eingebracht oder ein Unterdruck in dem Volumen angelegt werden kann.

Darstellung der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Mikro-Düsen-System mit wenigstens einem, eine Düsenöffnung, die einen Düsenöffnungsquerschnitt im Mikrometerbereich aufweist und durch die ein gasförmiger oder flüssiger Stoffstrom ein- oder ausbringbar ist, umschließenden Düsenkörper, derart auszubilden, dass ein fein dosiertes Ausbringen unterschiedlicher Stoffströme durch eine Vielzahl nebeneinander angeordneter Mikro-Düsen möglich wird. Durch jede einzelne Düsenöffnung soll es möglich sein, einen Stoffstrom lokal aus der Düsenanordnung auszubringen oder vermittels Unterdruck in die Düsenöffnung einzuführen. Der Aufbau jeder einzelnen Düsenanordnung sollte dabei möglichst einfach und mit möglichst genstigen Mitteln, die auch

den Anforderungen einer Massenanfertigung gerecht werden, möglich sein.

Die Lösung der der Erfindung zugrundeliegenden Aufgabe ist im Anspruch 1 angegeben. Ein erfindungsgemäßes Verfahren zur Herstellung eines erfindungsgemäßen Mikro-Düsen-Systems ist Gegenstand des Anspruchs 19. Den Erfindungsgedanken vorteilhaft weiterbildende Merkmale sind Gegenstand der Unteransprüche sowie der Beschreibung bezüglich der Ausführungsbeispiele unter Bezugnahme der Zeichnungen zu entnehmen.

Erfindungsgemäß ist ein Mikro-Düsen-System mit wenigstens einem, eine Düsenöffnung, die einen Düsenöffnungsquerschnitt im Mikrometerbereich aufweist und durch die ein gasförmiger oder flüssiger Stoffstrom ein- oder ausbringbar ist, umschließenden Düsenkörper derart ausgebildet, dass der Düsenkörper ein Volumen umschließt, in das wenigstens ein Ende eines Hohlkanals mündet, und dass ein anderes Ende des Hohlkanals mit einem Anschlußbereich verbunden ist, an dem eine Druckquelle zum Transport des Stoffstromes durch den Hohlkanal anschließbar ist.

Die der Erfindung zugrundeliegende Idee ist die vereinzelte Speisung jeder einzelnen Düsenöffnung mit einem Stoffstrom, der durch ein geeignetes Hohlkanalsystem der Düsenöffnung zugeführt wird. Jede einzelne Düsenöffnung ist von einem Düsenkörper umgeben, der ein Volumen einschließt, in den wenigstens ein Hohlkanal einmündet. Selbstverständlich ist es auch möglich, einen Düsenkörper mit mehreren getrennten Hohlkanälen zu versorgen.

In Anbetracht der baulichen Dimensionen des Düsenkörpers, dessen Düsenöffnung typischerweise einen Durchmesser von einigen wenigen µm bis 50 µm aufweist und dessen zugeordneter Hohlkanal typischerweise einen Durchmesser zwischen 10 µm und 100 µm aufweist, erfordert die Verbindung des Hohlkanals mit einer Druckquelle, vermittels der 35 entweder ein kontrollierter Unterdruck innerhalb des Hohlkanals erzeugt wird oder aber ein bestimmter Stoffstrom gezielt in den Hohlkanal eingespeist wird, besondere Beachtung. So mündet das dem Düsenkörper abgewandte Ende des Hohlkanals in einen Anschlußbereich, der wie im weiteren noch detaillierter dargestellt wird, als flächiger Abschnitt ausgebildet ist, an dessen Oberfläche Bohrungen eingebracht sind, die als Verbindungsöffnungen zu jedem einzelnen Hohlkanal dienen. Fluiddicht auf den flächig ausgebildeten Anschlußbereich wird eine Adaptereinheit lösbar fest aufgesetzt, die ihrerseits mit Offnungen durchsetzt ist, deren Offnungsdurchmesser sich von der Größe der Verbindungsöffnungen hin zu makroskopisch große Offnungsweiten vergrößern, die einen mechanisch leicht handzuhabenden Anschluß gestatten, an denen eine entsprechende

Grundsätzlich ist es möglich, jeden einzelnen Hohlkanal mit einer individuellen Druckquelle zu verbinden oder alle in den Anschlußbereich mündende Hohlkanäle mit einer einzigen Druckquelle zu versorgen.

Der Düsenkörper selbst weist vorzugsweise eine pyramidenförmige Form auf, die vorzugsweise einen dreiseitigen oder vierseitigen Grundriß besitzt. Dem Grundriß gegenüberliegend weist der Düsenkörper eine Düsenöffnung auf, die an der Pyramidenspitze angeordnet ist. Zu Zwecken eines, zur Düsenöffnung zentrisch orientierten Stoffstron, durch den Düsenkörper hindurch, unabhängig davon, ob der Stoffstrom aus dem Volumen des Düsenkörpers durch die Düsenöffnung hinaus oder durch diese in das Volumen hinein gerichtet ist, mündet der mit dem Volumen des Düsenkörpers verbundene Hohlkanal zentrisch durch die Grundfläche in das Volumen des Düsenkörpers. Auch ist es möglich, mehr als einen Hohlkanal in das Innere des Düsenkörpers einmunden zu lassen. Hierbei erwies es sich ebenso aus

Gründen eines relativ zur Düsenöffnung zentrisch gerichteten Stoffstromes als vorteilhaft, wenn zwei oder mehr Hohlkanäle gemeinsam durch eine einzige Mündung zentrisch in der Grundfläche in das Innere des Volumens des Düsenkörpers einmünden. Im Falle von zwei Hohlkanälen stoßen diese vorzugsweise mit einer um 180° entgegengesetzten Strömungsrichtung unter der Grundfläche des Düsenkörpers zusammen und münden gemeinsam durch eine Öffnung in das Volumen des Düsenkörpers. Handelt es sich um drei Hohlkanäle, die in das Innere des Düsenkörpers einmünden, 10 so ist es vorteilhaft, sie sternförmig aufeinander treffen zu lassen. In gleicher Weise und unter Berücksichtigung eines zentralen Stoffeintrages in den Düsenkörper respektive symmetrischen Stoffaustrag aus dem Düsenkörper sind Geometrien zu wählen, die ein Zusammenführen von mehr 15 als drei Hohlkanälen gestatten.

Aus den vorgenannten Gründen eines zentrisch zur Düsenöffnung orientierten Stoffstromes ist es vorteilhaft, einen einzigen Hohlkanal vor Einmünden in den Düsenkörper in zwei, drei oder mehrere Teilkanäle aufzuspalten, um diese, 20 ebenso wie vorstehend beschrieben, durch eine einzige zentrisch der Grundfläche angeordnete Öffnung in das Volumen des Düsenkörpers einmünden zu lassen.

Handelt es sich um die Zusammenführung unterschiedlicher Hohlkanäle in einen einzigen Düsenkörper, durch die 25 jeweils unterschiedliche Stoffströme zugeführt werden, um diese im Inneren des Düsenkörpers zu mischen, so eignen sich Mikro-Mischer-Einheiten, die im Strömungsfluß noch vor Eintritt in das Volumen des Düsenkörpers angeordnet sind und die für eine verbesserte Durchmischung der, in das Volumen des Düsenkörpers einströmenden Stoffströme sorgt. Die Mikro-Mischer-Einheit besteht vorzugsweise aus einer konisch sich verjüngenden Mikrosäule, an deren Kontur Wirbel bildende Umlenkflächen angeordnet sind. Das sich verjüngende Ende der Mikro-Mischer-Einheit ist dabei 35 in Richtung des Volumens des Düsenkörpers gerichtet.

Der Düsenkörper selbst sowie das den Hohlkanal umschließende Material ist vorzugsweise aus lichttransparentem Material gefertigt, so dass eine Untersuchung von biologischen Zellen in der eingangs beschriebenen Weise mit 40 Hilfe konventioneller Lichtmikroskope möglich ist. Der Begriff lichttransparent ist derart zu verstehen, dass die Struktur der Düsenanordnung eine optische Analyse nicht nachhaltig beeinflussen soll. Geeignete Materialien für den Düsenkörper stellt beispielsweise Siliziumnitrit dar, das auf ein Glassubstrat aufgebracht ist, in das eine einseitig offen ausgebildete Vertiefung eingearbeitet ist, das ebenfalls von der Siliziumnitritschicht abgedeckt wird und auf diese Weise den Hohlkanal begrenzt.

Die Herstellung des Mikro-Düsen-Systems erfolgt unter 50 Verwendung mikrosystemtechnischer Verfahren, wie beispielsweise Abscheideverfahren aus der Plasmaphase, reaktives Ionenätzen (RIE), Metallätzen, lithographische Verfahren. Sputtern oder anisotropes Siliziumätzen. Auf das erfindungsgemäße Verfahren, das im übrigen im Anspruch 19 55 im einzelnen dargestellt ist, wird im weiteren unter Bezugnahme auf die Figuren näher eingegangen.

Als Resultat des ersindungsgemäßen Herstellungsprozesses wird ein Glassubstrat erhalten, das sowohl als Trägermedium für die pyramidenförmig ausgebildeten Düsenkörper 60 als auch als kanalbildendes Material für die Hohlkanäle dient. Die Düsenkörper sowie die, die Hohlkanäle abdekkende Schicht, besteht vorzugsweise aus Siliziummitrit. Neben der optischen Transparenz der verwendeten Materialien können diese auch mit technisch vollständig beherrschbaren 65 Bearbeitungsverfahren in einem kostengünstigen Rahmen und in einem großindustriellen Maßstab hergestellt werden. Auch ist es möglich, neben der Einzelansertigung der erfin-

dungsgemäßen Düsenkörper diese in einer Vielzahl arrayförmig nebeneinander angeordnet, auf großflächigen Substraten herzustellen. Dies gestattet es insbesondere, MikroDüsen-Systeme mit einer Vielzahl einzelner Düsenkörper
herzustellen, die beispielsweise zur Untersuchung von biologischen Zellen im Großlaboreinsatz dienen.

Kurze Beschreibung der Erfindung

Die Erfindung wird nachstehend ohne Beschränkung des allgemeinen Erfindungsgedankens anhand von Ausführungsbeispielen unter Bezugnahme auf die Zeichnung exemplarisch beschrieben. Es zeigen:

Fig. 1 perspektivische Darstellung zweier Düsenkörper, Fig. 2 Darstellung einer arrayförmigen Anordnung mehrerer Düsenkörper,

Fig. 3 Düsenkörper, in denen drei Hohlkanäle einmünden,

Fig. 4 arrayförmige Düsenkörperanordnung,

Fig. 5 Gesamtansicht eines Mikro-Düsen-Systems.

Fig. 6 Detaildarstellung aus Fig. 5,

Fig. 7 Komponentendarstellung zur fluiddichten Verbindung des Mikro-Düsen-Systems mit einer Adaptereinheit.

Fig. 8a-d Sequenzbilder zur Darstellung der Kantenverrundung eines pyramidenförmig ausgestalteten Düsenkörpers,

Fig. 9a-k Herstellschritte für die mikrotechnische Produktion eines Mikro-Düsen-Systems.

Wege zur Ausführung der Erfindung, gewerbliche Verwendbarkeit

In Fig. 1 ist die schematisierte perspektivische Darstellung zweier Düsenkörper 3 gezeigt, von denen der in der Fig. 1 vorgelagerte Düsenkörper zur besseren Verdeutlichung von Form und Geometrie in aufgeschnittener Weise dargestellt ist. Der pyramidenförmig ausgebildete Pyramidenkörper 3 weist eine quadratische Grundfläche. Der Düsenkörper 3 ist ebenso wie die Schicht 6 aus Siliziumnitrit gefertigt und einstückig mit dieser verbunden. An der Spitze jedes einzelnen Düsenkörpers 3 ist eine Öffnung 4, die sogenannte Düsenöffnung, vorgesehen, die typischerweise einen Öffnungsdurchmesser von einigen µm bis etwa 50 µm aufweist. Mit mikromechanischen Techniken, auf die insbesondere unter Bezugnahme auf Fig. 8 noch im einzelnen eingegangen wird, ist es überdies möglich, die scharfen Kanten der vierseitigen Pyramide zu verrunden, so dass auch die Düsenöffnung 4 von der in der Fig. 1 dargestellten quadratischen Grundrißform in eine runde Düsenöffnungsform überführt werden kann.

Jeder einzelne Düsenkörper 3, der im Inneren ein Volumen einschließt, ist mit einem Hohlkanal 1 verbunden, der orthogonal zur Austrittsrichtung der Düsenöffnung 4 verläuft. Die Verbindung zwischen dem Hohlkanal 1 und dem Volumen des Düsenkörpers 3 erfolgt typischerweise zentrisch durch die Grundfläche von unten. Vorzugsweise befindet sich jeder einzelne Hohlkanal in einem Glassubstrat 5, auf dessen Oberfläche die vorbezeichnete Siliziumnitritschicht 6, aus der auch die Wandungen jedes einzelnen Düsenkörpers 3 bestehen, abgeschieden ist. Die Siliziumnitritschicht 6 schließt auch zugleich den Hohlkanal 1 nach oben hin ab.

In Fig. 2 ist eine arrayförmige Anordnung von vier Düsenkörpern 3 dargestellt, die alle auf ein und dem gleichen Glassubstrat mit einer einheitlichen, das Glassubstrat überdeckenden Siliziumnitritschicht 6 angeordnet sind. Grundsätzlich ist es möglich, eine Vielzahl derartiger Düsenkörner 3 mit den entsprechenden Düsenöffnungen auf ein und dem

6

gleichen Glassubstrat anzuordnen.

In Fig. 3 ist ein perspektivisch dargestellter Düsenkörper 9 mit einer Düsenöffnung 10 gezeigt, der im Unterschied zur Ausführungsform gemäß Fig. 1 durch die Zusammenführung von drei Teilhohlkanälen 11, 12 gespeist wird. Der ursprüngliche Hohlkanal 1 verzweigt sich in einem Verzweigungsknoten in drei Teilhohlkanäle 11, 12, die unterhalb der Grundfläche des Düsenkörpers 9 sternförmig zusammenstoßen. Die Teilkanäle 12 sind dabei etwas dünner im Strömungsquerschnitt ausgebildet als der Teilhohlkanal 11. 10 Durch eine gemeinsame Öffnung münden die drei Teilkanäle in das Volumen des Düsenkörpers 9 ein, wodurch sie in einer Betriebsweise der Düsenanordnung, in der ein Stoffstrom durch den Hohlkanal 1 über die Teilkanäle 11, 12 in das Volumen des Düsenkörpers 9 gelangen, einen nahezu 15 zentrischen Austritt des Stoffstromes durch die Düsenöffnung 10 gewährleisten. Da die Stoffströme aus den Teilhohlkanälen vor Eintritt in das Volumen des Düsenkörpers 9 in einer Ebene aufeinander treffen, die senkrecht zur Austrittsrichtung durch die Düsenöffnung 10 orientiert ist, wer- 20 den sie zum einen gut durchmischt und bilden aufgrund der Kanalführung, nach gegenseitiger Umlenkung einen senkrecht durch die Düsenöffnung gerichteten Stoffstrom. Auch dient das Volumen des Düsenkörpers 9 einer besseren Durchmischung des Stoffstromes, bevor dieser die Düsen- 25 öffnung 10 verläßt.

Im Falle eines Anlegen eines Unterdruckes an den Hohlkanal 1 wird ein Saugstrom durch die Düsenöffnung 10 in die Düsenöffnung hinein erreicht, der mit Hilfe der in Fig. 3 dargestellten Anordnung der drei Teilhohlkanäle gerade, d. h. senkrecht von oben nach unten durch die Düsenöffnung 10 verläuft, wobei Zellen, die sich vor der Düsenöffnung 10 befinden, möglichst zentrisch an die Düsenöffnung 10 gesogen werden können.

Auch ist es möglich, je nach Dimensionierung von Düsenöffnung 10 und Düsenkörper 9 kleinere Gegenstände, wie biologische Zellen, in das Innere des Düsenkörpers 10 einzusaugen, so dass der Düsenkörper 9 eine Art Containerwirkung erhält. Auch hier sorgt das weitgehend abgeschlossene Volumen dafür, dass die Zelle räumlich fixiert bleibt, 2 zumal die Durchtrittsöffnung, durch die die Hohlkanäle einmünden derart dimensioniert ist, dass biologische Zellen nicht durch die Hohlkanäle transportiert werden können. Die Dimensionierungen des Mikro-Düsen-Systems können jedoch je nach Anwendungsfall individuell gestaltet werden. So ist es ebenso möglich eine im Volumen eingebrachte Zelle mit einem speziellen Stoffstrom zu spülen oder zu behandeln, sodass das Volumen innerhalb des Düsenkörpers auch als eine Art Minilaboreinheit angesehen werden kann.

Auch ist es möglich, elektrische Signale von lebenden 50 biologischen Zellen, die auf der Düsenöffnung 10 oder im Inneren des Düsenkörpers 9 positioniert sind, mit Hilfe geeignet angebrachter Mikroelektrodenstrukturen von der Zellmembran der Zelle abzuleiten. Die dafür nötigen elektrisch leitenden Elektrodenstrukturen können durch Aufdampfen oder Aufsputtern geeigneter Metallschichten auf den Innenseiten der Hohlkanäle aufgebracht werden, sodass ihre Enden in das Innerere des Volumens hineinragen, um dort mit entsprechenden biologischen Zellen elektrisch zu kontaktieren. Diese, nicht in der Figur dargestellten Elektrodenstrukturen, dienen dem Mikro-Düsen-System als vorteilhafte Ergänzung, insbesondere zur Analyse biologischer Zellen.

In Fig. 4 ist eine arrayförmige Anordnung, bestehend aus einer Vielzahl einzelner Düsenkörper 9. dargestellt, gemäß 65 dem Ausführungsbeispiet der Fig. 3. Alle einzelnen Düsenkörper 9. die über eine Düsenöffnung 10 verfügen, werden jeweils von drei Teilhohlkanaten 11 und 12 versorgt und be-

finden sich allesamt auf einem einzigen Trägersubstrat 5, das von der vorbezeichneten Schicht 6, vorzugsweise eine Siliziumnitritschicht, überzogen ist. Die Aufspaltung des Hohlkanals 1 in Teil- oder Nebenkanäle kann beliebig im Durchmesser erfolgen.

Selbstverständlich kann ein einzelner Düsenkörper 9 auch mit unterschiedlichen Hohlkanälen verbunden werden, so dass im Inneren des Düsenkörpers 9 unterschiedliche Stoffströme in Mischung gebracht werden können. Dies erfordert eine entsprechend anders geartete Ausgestaltung der Hohlkanalzuleitung, verglichen mit der in Fig. 4 dargestellten Ausführungsform.

Fig. 5 zeigt eine Gesamtansicht des erfindungsgemäß ausgebildeten Mikro-Düsen-Systems, das auf einem Trägersubstrat 5, vorzugsweise einem Glassubstrat, aufgebracht ist. Im Inneren des Glassubstrats 5 verlaufen die Hohlkanäle 1, die mit Düsenkörpern 3 verbunden sind. Fig. 6 zeigt hierzu eine Detailansicht aus der gemäß Fig. 5 dargestellten Ausführungsform. In Fig. 6 sind eine Vielzahl feldartig angeordneter Düsenkörper 3 zu entnehmen, die jeweils mit Hohlkanälen 1 verbunden sind. Die Hohlkanäle 1 verzweigen sich gemäß dem in Fig. 3 dargestellten Ausführungsbeispiel in jeweils drei Teilhohlkanäle und münden über eine gemeinsame Offnung in das Volumen jedes einzelnen Düsenkörpers 3 ein. Stark schematisiert ist in Fig. 6 eine, das Glassubstrat 5 überdeckende Schicht 6, vorzugsweise bestehend aus Siliziummitrit, dargestellt, aus der zum einen jeder einzelne Düsenkörper 3 gefertigt ist und die zum anderen die in dem Glassubstrat 5 eingearbeiteten Hohlkanäle 1 nach oben hin abschließt. Mit dem Bezugszeichen 7 ist in Fig. 5 und in Fig. 6 eine Siliziumschicht bezeichnet, die am spitz zulaufenden Ende des Glassubstrats 5 über eine Sollbruchlinie 8 abgebrochen werden kann. Am breiten Ende des Glassubstrats 5 münden die einzelnen Hohlkanäle 1 in einen Anschlußbereich, in dem jeder einzelne Hohlkanal mit einer Verbindungsöffnung 2 verbunden ist. Jede einzelne Verbindungsöffnung 2 gilt es mit einer geeigneten Druckquelle fluiddicht zu verbinden, so dass über die Verbindungsöffnung 2 ein entsprechender Unterdruck angelegt oder entsprechende Stoffströme gezielt eingebracht werden können.

In Fig. 7 ist gezeigt, wie das Mikro-Düsen-System 19 zum Anschluß mit einer geeigneten Druckquelle verbunden wird. Hierbei ist ein Grundkörper 13 vorgesehen, sowie eine Gegenplatte 18, die beide durch entsprechende Schrauben (nicht dargestellt) mit einer bestimmten Kraft aufeinander gepresst werden. Die Grundplatte 13 sieht eine entsprechend an die Kontur des Mikro-Düsen-Systems angepasste Ausnehmung 16 auf, in die zur fluiddichten Abdichtung eine Silikondichtung 17 sowie das Mikro-Düsen-System 19 einbringbar sind. Ferner sieht die Grundplatte 13 Anschlusslöcher 15 vor, die passgenau mit den Verbindungsöffnungen 2 des Mikro-Düsen-Systems fluchten. Der Durchmesser der Anschlusslöcher 15 vergrößert sich im Bereich der Verbindungsstellen 14, die mit jeweils einer Druckquelle verbunden werden können.

In Fig. 8 ist in Sequenzbildern a bis d die Herstellung eines Düsenkörpers dargestellt, dessen Seitenkanten 20, 21 sukzessive abgerundet werden. Hierfür eignen sich geeignete Ätzverfahren, die insbesondere eine Abrundung von eckigen Strukturen zur Folge haben. Mit der Kantenabrundung ist es auch möglich, die Düsenöffnung 10 zu verrunden. Je nach Gestaltungsvariation können somit runde bis viereckig ausgebildete Düsenöffnungen erzielt werden.

Durch ein neues Herstellungsverfahren ist es möglich, ein für konventionelle Mikroskope optisch-transparentes, dreidimensionales Mikro-Düsen-System mit Adaption zu einem Makro-Arbeitsdruck-Erzeuger, kostengünstig und in großer Stückzahl, aufzubauen.

-Zur-Herstellung-der-Düsenkörper-3,_9_werden_vorzugsweise Verfahren der Mikrosystemtechnik, wie bspw. PE-CVD, RIE, Lithographie, anisotropes Siliziumätzen, Sputtern und Metallätzen eingesetzt. Mikrosystemtechnische Verfahren sind Herstellungs- und Bearbeitungsverfahren, die aus der Halbleiterfertigung bekannt und vollständig beherrschbar sind und eine kostengünstige und großtechnische Produktion der Mikro-Düsen-Systeme mit höchster Qualität erlauben.

Am Ende des mikrosystemtechnischen Herstellungsprozesses dient ein Glassubstrat 5 als Trägermedium für die pyramidenförmigen Düsenkörper 3.9 und als kanalbildendes Material. Die Düsen und die Kanalabdeckungen bestehen vorzugsweise aus einer Siliziumnitrid. Auch Glas oder Siliziumoxid (SiO2) können dazu verwendet werden, wobei 15 aber eine Einbuße an mechanischer Stabilität in Kauf genommen werden muß.

Durch die Verwendung von speziellen Siliziumsubstraten und einer speziellen Anordnung der Mikrostrukturen auf dem Substrat kann die Gleichmäßigkeit der Düsenstrukturen 20 untereinander erheblich gesteigen werden.

In den Fig. 9a) bis k) ist in den Sequenzdarstellungen das Verfahren dargestellt, mit dem das neuartige Mikro-Düsen-System herstellbar ist.

Als Ausgangsmaterial dient ein sogenannter SOI-Wafer 25 (siehe hierzu Fig. 9a), der im wesentlichen aus zwei miteinander durch eine SiO2-Schicht verbundene Si-Substrate besteht. Im einzelnen seien die in Fig. 9a dargestellten Einzelschichten kurz erläutert:

- a) Si₃N₄-Schicht, die als Schutzschicht für die im weiteren folgenden Ätzschritten dient.
- b) SiO₂-Schicht,
- c) Si-Schicht, die als Trägerschicht dient,
- d) SiO₂-Bond-Schicht, dient als Verbindungsschicht, 35 8 Sollbruchlinie
- e) Si-Schicht, dient im weiteren als Opferschicht,
- f) SiO₂-Schicht,
- g) Si₃N₄-Schicht, die als Maske für einen nachfolgenden KOH-Atzschritt dient, sowie
- h) Positiv-Resist-Schicht, die eine erste Maske dar- 40 13 Grundkörper stellt.

Die Schicht h) dient als Maske und legt die räumliche Positionierung der in die Opferschicht e) einzubringenden Vertiefungen fest, in die im weiteren die Düsenkörper einzu- 45 18 Gegenplatte bringen sind.

Mittels reaktivem Ionenätzen (RIE) erfolgt ein gezielter Schichtaburag der Schichten g) und f) (siehe hierzu Fig. 9b). Getrennt von dem vorstehend beschriebenen Ionenätzen (RIE) wird ein Glassubstrat n) mit einer Chrom-Schicht m), 50 die entsprechend durch Ätzung strukturiert ist und mit einer darüber befindlichen Positiv-Resist-Schicht, die als Maske 2 dient, beschichtet.

In Fig. 9c wird mittels KOH-Atzung eine pyramidenförmige Ätzgrube o) in die Si-Schicht e) eingebracht. Parallel 55 dazu wird das Glassubstrat n) mit Hilfe von SiO2-RIE bearbeitet, wodurch eine Kanalstruktur p) entsteht.

In Fig. 9d werden mit Hilfe eines isotropen Si-RIE-Prozesses die Kanten der pyramidenförmigen Atzgrube verrundet. Auf diese Weise ist es auch möglich die Düsenöffnung 60 zu verrunden (siehe Fig. 8). Dieser Vorgang kann optional erfolgen. Das Glassubstrat n) wird nun mittels mechanischen Glasbearbeitungsverfahren, wie Bohren mit Diamantbesetzten Schleifstiften oder mittels eines Uhraschall-Bohr-Verfahrens mit Bohrungen r) versehen.

In Fig. 9e werden die Schichtkomponenten jeweils mit einer AF-HF-Ätzmischung von den Schichten a), b), f), g) und m) gereinigt.

In einem weiteren Schritt gemäß Fig. 9f werden die von den Schichten a), b), f), g) sowie m) befreiten beiden Schichtkomponenten nach entsprechender Oxidation mittels einer Oxid-Schicht u) und unter Verwendung einer Si₃N₄-Schicht v) miteinander verbunden. Die Verbindung erfolgt mittels anodischem Bonden, so dass das Glassubstrat n) mit dem strukturierten SOI-Wafer fest und innig verbunden sind.

Unter Verwendung einer Positiv-Resist-Maske x) werden die Schichten v) und u) gezielt geöffnet (siehe hierzu Fig. 9g).

Nachfolgend erfolgt ein Tiefätzvorgarng mittels einer KOH-Ätzmischung sowie einer nachfolgenden Ionenätzung, mit der die SIO2-Schicht d) gezielt öffnet wird.

Nun erfolgt gemäß Fig. 9i ein gezieltes Freilegen der Pyramidenspitze durch Tiefenätzen mittels isotropen Si-Ionenätzen. Gemäß Fig. 9j erfolgt die Öffnung der Düsenstruktur mittels gezielten Si₃N₄-Ionenätzen und nachfolgend gemäß Fig. 9k wird mittels einer KOH-Ätzmischung die Schicht e) abgetragen, bis zur Oxidschicht u). Auch kann die Oxidschicht u) entsprechend abgetragen werden und durch ein entsprechendes Coating-Material, das bestimmte hydrophile bzw. hydrophobe Eigenschaften aufweist, ersetzt werden.

Bezugszeichenliste

- 1 Hohlkanal
- 2 Verbindungsöffung
- 30 3 Düsenkörper
 - 4 Düsenöffnung
 - 5 Trägersubstrat, Glassubstrat
 - 6 Schicht, Si₃N₄-Schicht
 - 7 Si-Schicht
- - 9 Düsenkörper
 - 10 Düsenöffnung
 - 11 Teilhohlkanal
 - 12 Teilhohlkanal
 - 14 Verbindungsstellen
 - 15 Anschlusslöcher
 - 16 Ausnehmung
 - 17 Silikondichtung

65

- 19 Mirko-Düsen-System
- 20 Pyramidenkante
- 21 abgerundete Pyramidenkante

Patentansprüche

- 1. Mikro-Düsen-System mit wenigstens einem, eine Düsenöffnung, die einen Düsenöffnungsquerschnitt im Mikrometerbereich aufweist und durch die ein gasförmiger oder flüssiger Stoffstrom ein- oder ausbringbar ist, umschließenden Düsenkörper, dadurch gekennzeichnet, dass der Düsenkörper ein Volumen umschliesst, in das wenigstens ein Ende eines Hohlkanals mündet, und dass ein anderes Ende des Hohlkanals mit einem Anschlußbereich verbunden ist, an dem eine Druckquelle zum Transport des Stoffstromes durch den Hohlkanal anschliessbar ist.
- 2. Mikro-Düsen-System nach Anspruch 1. dadurch gekennzeichnet, dass die Druckquelle eine Unterdruckoder Überdruckquelle ist, vermiuels der der Stoffstrom den Hohlkanal einbringbar oder aus diesem abführbar ISI.
- 3. Mikro-Düsen-System nach Anspruch 1 oder 2. da-

- durch gekennzeichnet dass der Anschlußbereich wenigstens eine Verbindungsöffnung vorsieht, über die die Druckquelle mit dem Hohlkanal fluiddicht verbindbar ist.
 - 4. Mikro-Düsen-System nach Anspruch 3, dadurch 5 gekennzeichnet, dass die Verbindungsöffnung lösbar fest mit einer Adaptereinheit verbindbar ist, die den Hohlkanal mit der Druckquelle fluiddicht verbindet.
 - 5. Mikro-Düsen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 3. dadurch gekennzeichnet, dass der Hohlkanal or- 10 thogonal zur Austrittsrichtung durch die Düsenöffnung verläuft.
 - 6. Mikro-Düsen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Düsenkörper eine pyramidenartige Form mit einer drei-, vier- oder 15 mehrseitigen Grundfläche aufweist, und dass an der Pyramidenspitze die Düsenöffnung vorgesehen ist.
 - 7. Mikro-Düsen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Hohlkanal zentrisch relativ zur Düsenöffnung und von der, der Düsenöffnung gegenüberliegenden Seite in das Volumen des Düsenkörpers mündet.
 - 8. Mikro-Düsen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass wenigstens zwei getrennte Hohlkanäle in den Düsenkörper einmünden, 25 und dass eine Mikromischereinheit vorgesehen ist, durch die die aus den Hohlkanälen in das Volumen austretenden Stoffstöme mischbar sind, bevor sie aus der Düsenöffnung austreten.
 - 9. Mikro-Düsen-System nach Anspruch 8, dadurch 30 gekennzeichnet, dass die Mikromischereinheit Umlenkflächen aufweist, an denen der Stoffstrom umlenkbar ist.
 - 10. Mikro-Düsen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen dem An- 35 schlussbereich und dem Düsenkörper der Hohlkanal wenigstens einen Verzweigungsknoten aufweist, an dem sich der Hohlkanal in wenigstens zwei getrennt verlaufende Teilkanäle aufspaltet, und dass die Teilkanäle von unterschiedlichen Seiten in das Volumen des 40 Düsenkörpers einmünden.
 - 11. Mikro-Düsen-System nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Teilkanäle durch eine gemeinsame Öffnung in das Volumen des Düsenkörpers münden.
 - 12. Mikro-Düsen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Hohlkanal einen Kanaldurchmesser im Bereich, von 10 bis 100 µm aufweist.
 - 13. Mikro-Düsen-System nach einem der Ansprüche 1 50 bis 12. dadurch gekennzeichnet, dass der Düsenquerschnitt ca. 50 µm und kleiner beträgt.
 - 14. Mikro-Düsen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass eine Vielzahl einzelner Düsenkörper arrayförmig angeordnet sind, de- 55 ren einzelne Hohlkanäle in einem gemeinsamen Anschlußbereich münden.
 - 15. Mikro-Düsen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 14. dadurch gekennzeichnet, dass der Düsenkörper auf einem Trägersubstrat aufgebracht ist, in das der 60 Hohlkanal einseitig offen und mit einer Abdeckschicht abgeschlossen oder vollständig vom Trägersubstrat geschlossen eingearbeitet ist.
 - 16. Mikro-Düsen-System nach Anspruch 15. dadurch gekennzeichnet, dass das Trägersubstrat aus Glas und 65 der Düsenkörper sowie die Abdeckschicht aus Siliziumnitrid (Si₃N₄) oder Silizuinidioxia (SiO₂)ist.
 - 17. Mikro-Düsen-System nach einem der Ansprüche 1

bis_16,_dadurch_gekennzeichnet,_dass_das_Mikro-Düsen-System aus lichttransparenten Maierial gefertigt ist.

, . c

- 18. Mikro-Düsen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass Elektrodenstrukturen am Düsenkörper vorgesehen sind.
- 19. Verfahren zur Herstellung eines Mikro-Düsen-Systems gemäß den Ansprüchen 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet,
 - dass zur Herstellung des Düsenkörpers in eine Unterseite eines flächigen Halbleitersubstrats eine pyramidenförmige Ausnehmung mittels Ätztechnik eingebracht wird, die zusammen mit der Unterseite des Halbleitersubstrat mit einem, gegen Ätzmittel resistenten Schichtmaterial beschichtet wird,

dass die, der beschichteten Ausnehmung gegenüberliegende Seite des Halbleitersubstrats geätzt wird, bis die beschichtete Pyramidenspitze der Ausnehmung freigelegt wird, und

dass mittels Abtrageverfahren, vorzugsweise RIE-Technik, die Pyramidenspitze abgetragen wird, sodass sich eine Öffnung ergibt,

- dass zur Herstellung des Hohlkanals in eine Oberstäche eines Glassubstrates eine einseitig offene Vertiefung eingearbeitet wird,

dass das Glassubstrat zu Zwecken einer Verbindung der Vertiefung zu der, der Vertiefung gegenüberliegenden Seite des Glassubstrates wenigstens von einem Durchgangskanal durchsetzt wird, und

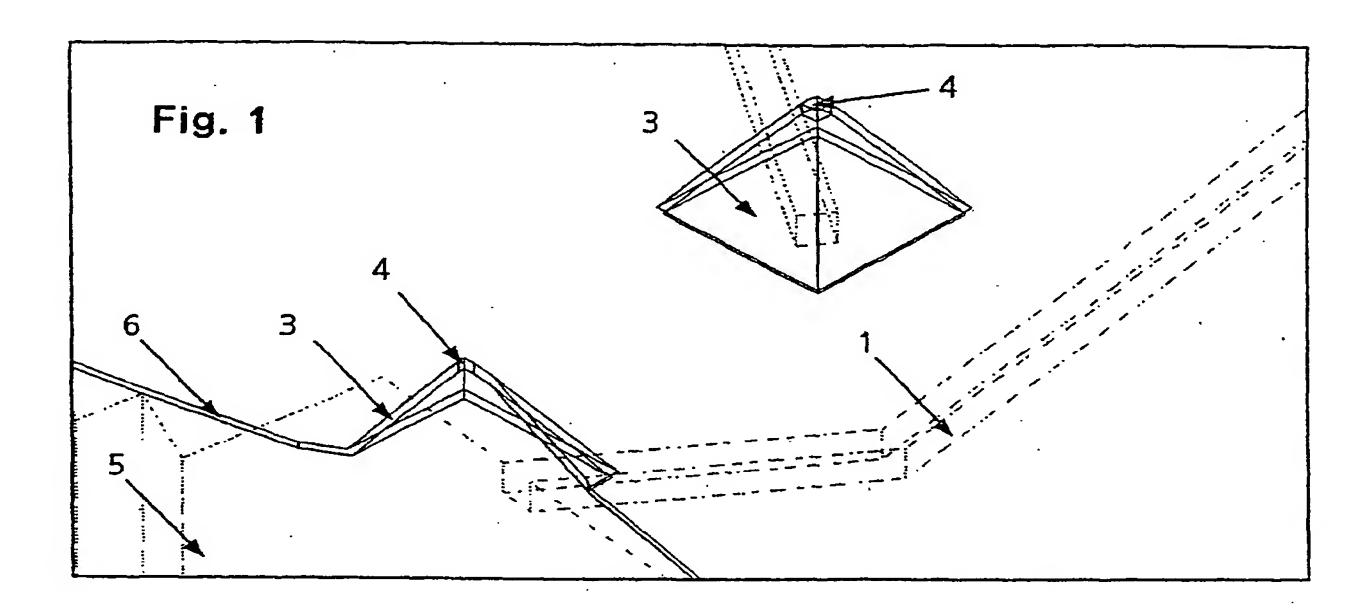
- dass die beschichtete Unterseite des Halbleitersubstrates und die Oberfläche des Glassubstrates fest miteinander verbunden werden, sodass die Vertiefung innerhalb des Glassubstrates mit der beschichteten Unterseite des Halbleitersubstrates einen Hohlkanal einschließen und der Hohlkanal innerhalb der pyramidenförmigen Ausnehmung einseitig mündet.
- 20. Verfahren nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, dass alle Verfahrensschritte mittels mikrosystemtechnischen Verfahren, wie PE-CVD, RIE, Lithographie, anisotropes Si-Ätzen, Sputtern oder Metallätzen, durchgeführt werden.

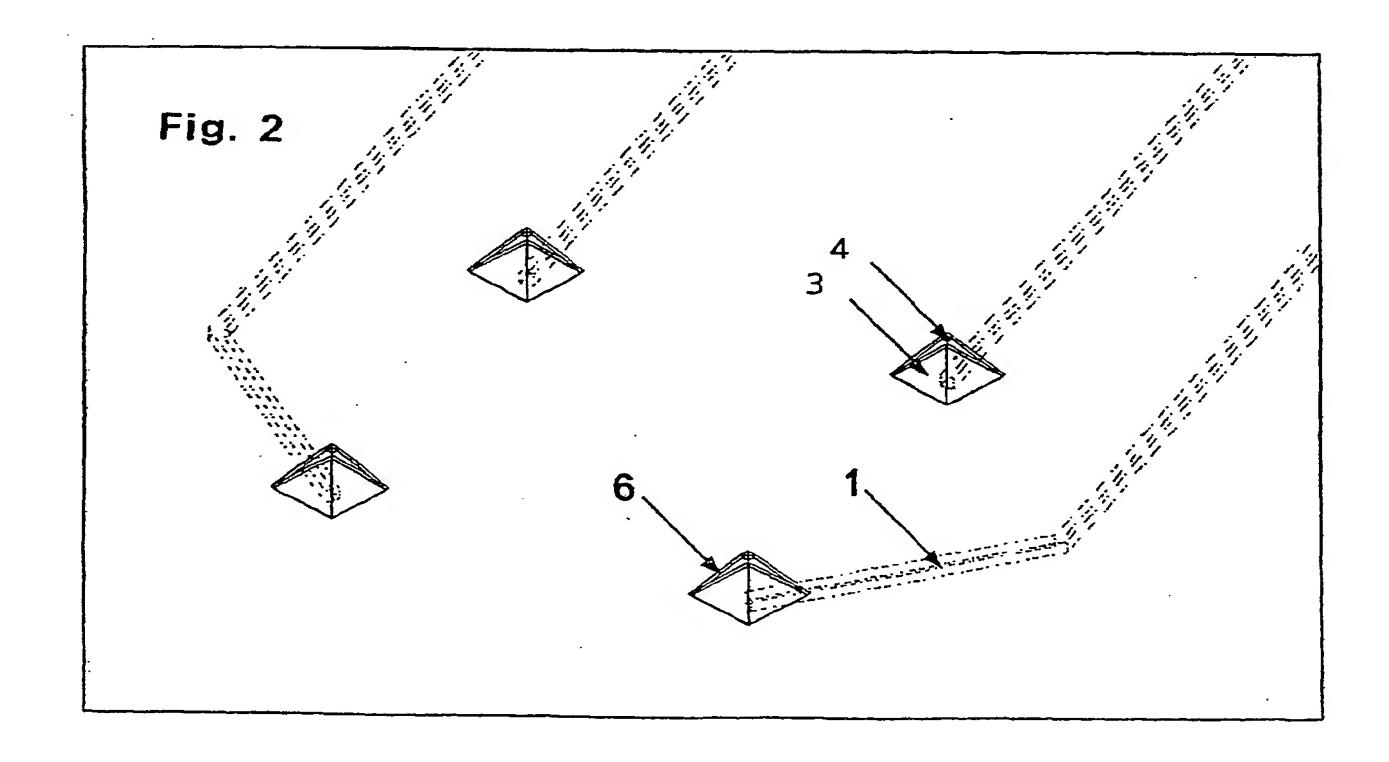
Hierzu 7 Seite(n) Zeichnungen

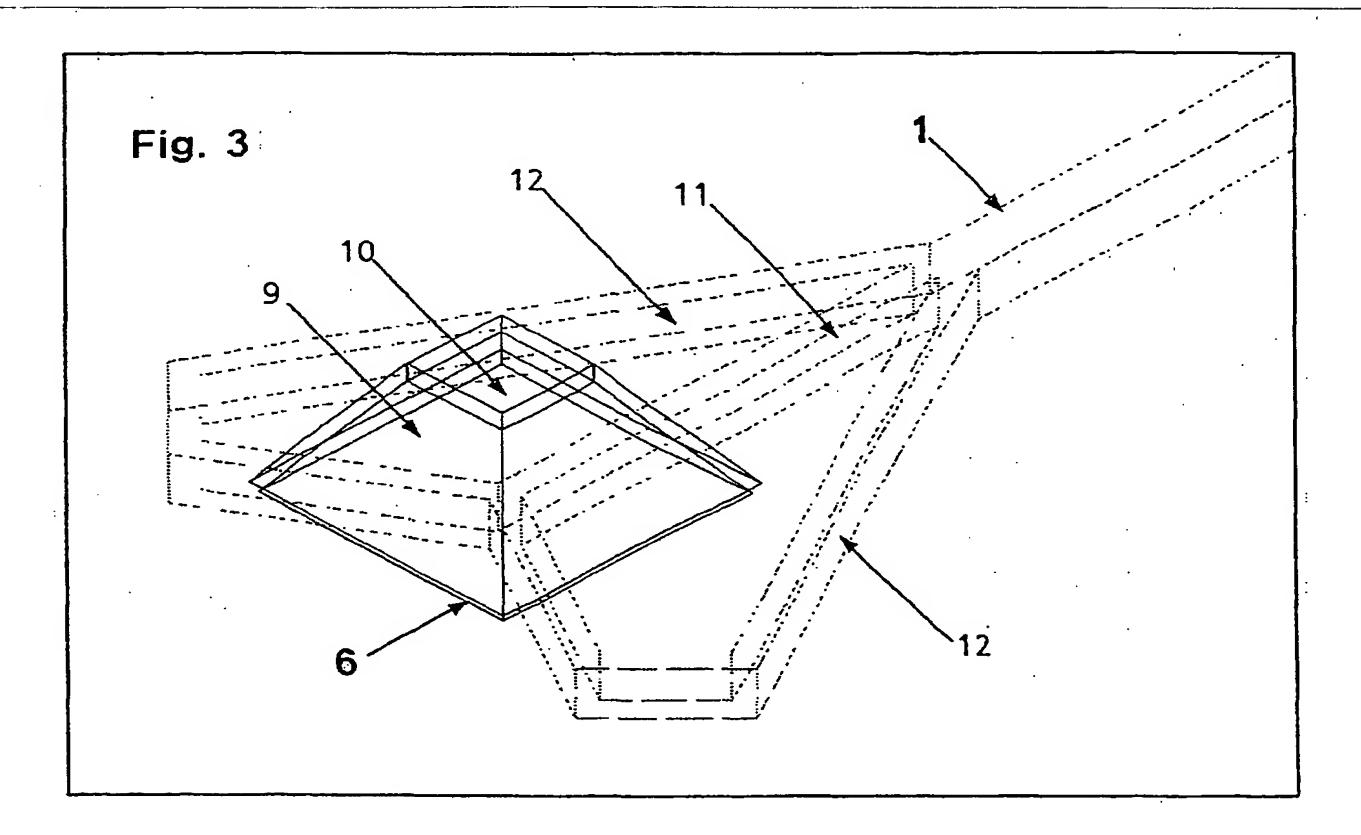
- Leerseite -

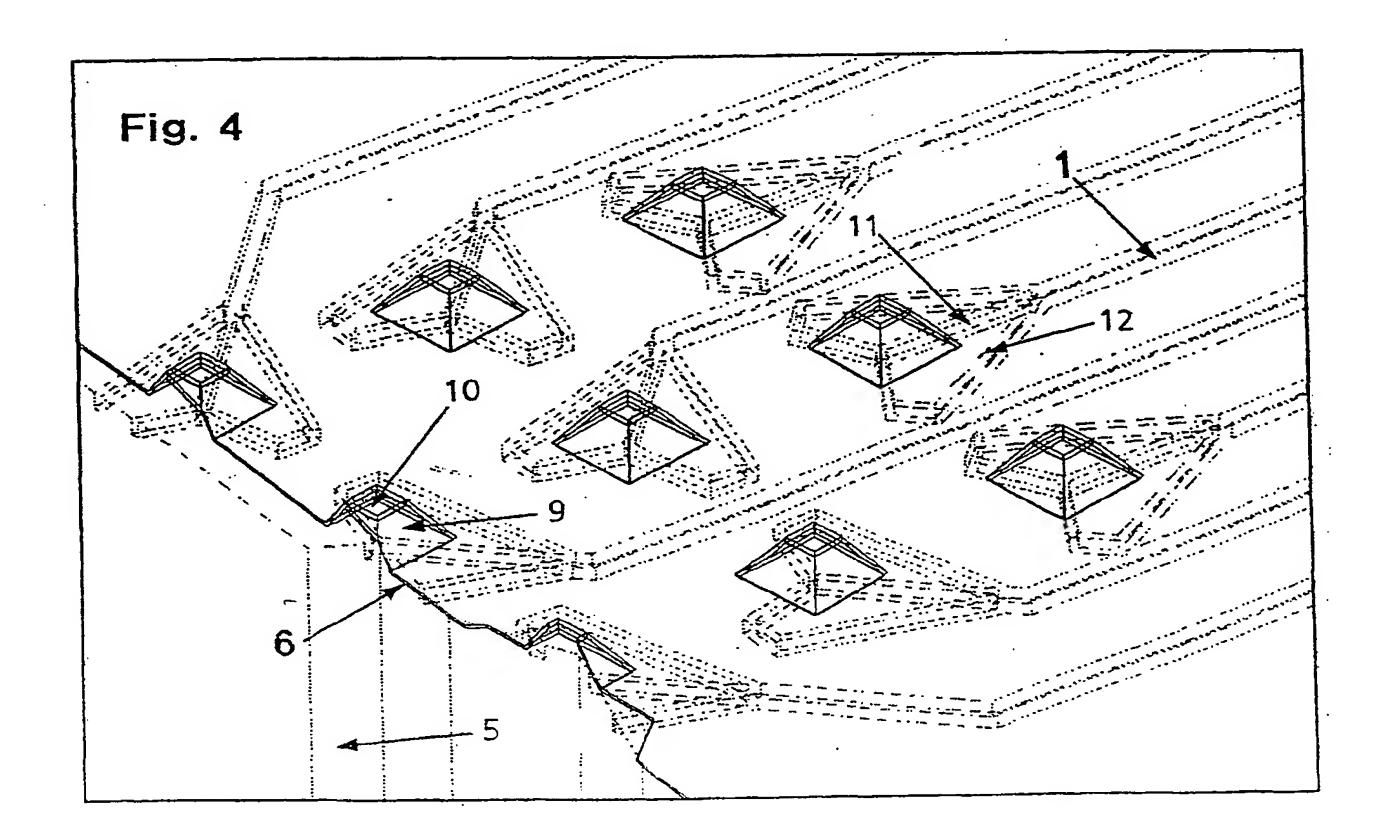
THIS PAGE BLANK (USPTO)

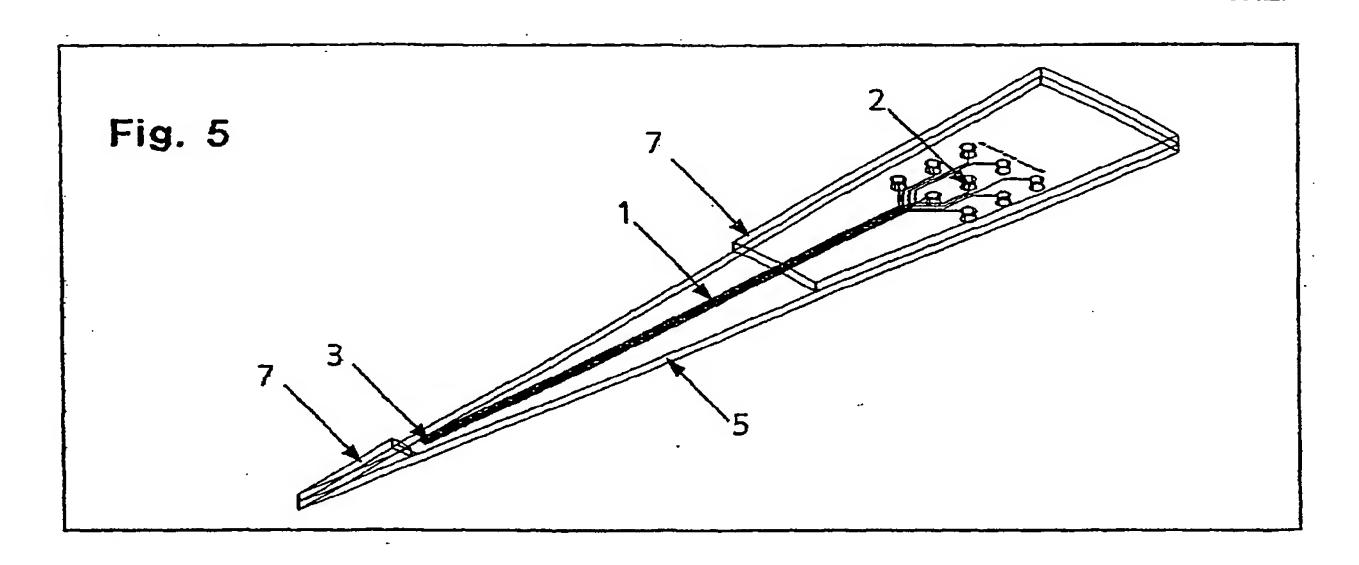
.

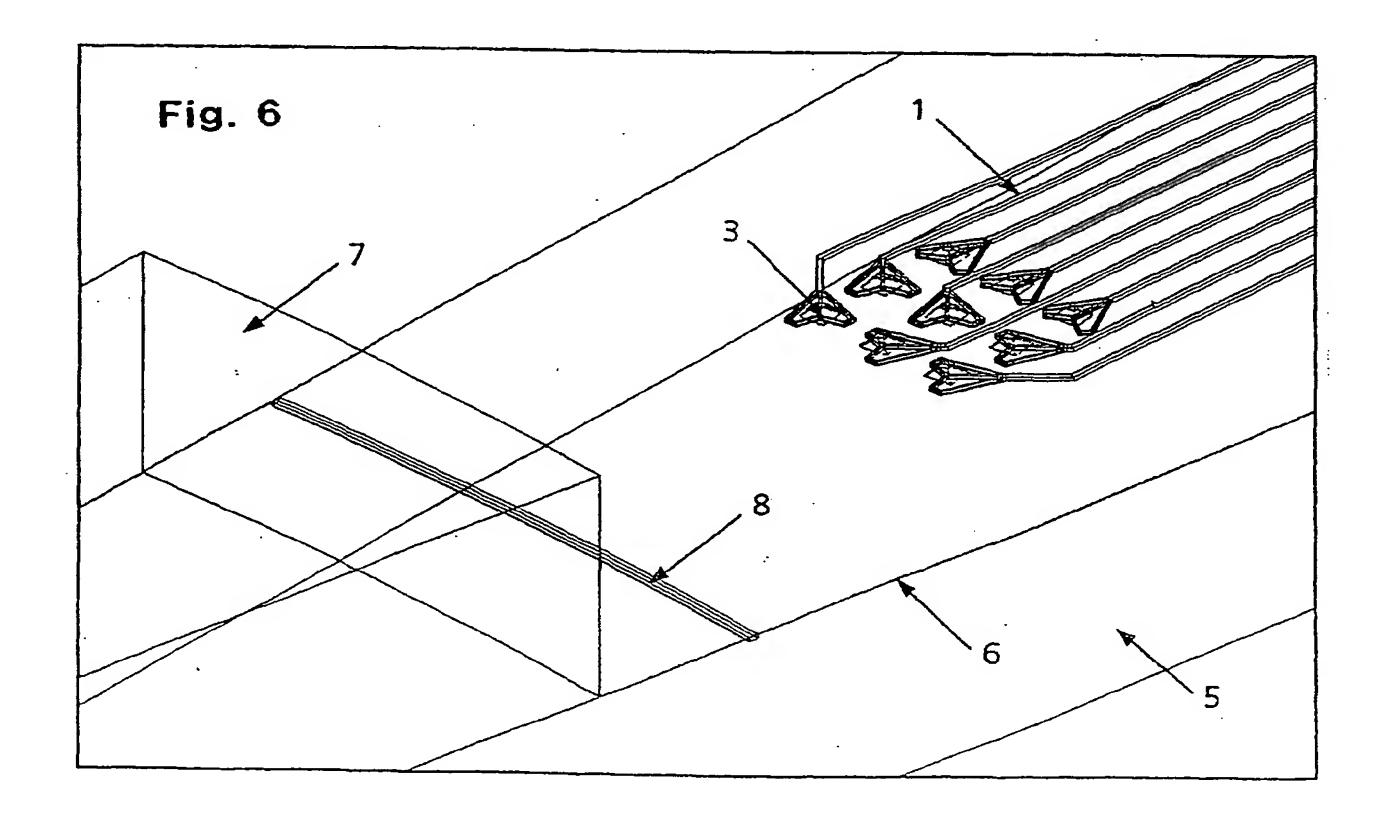




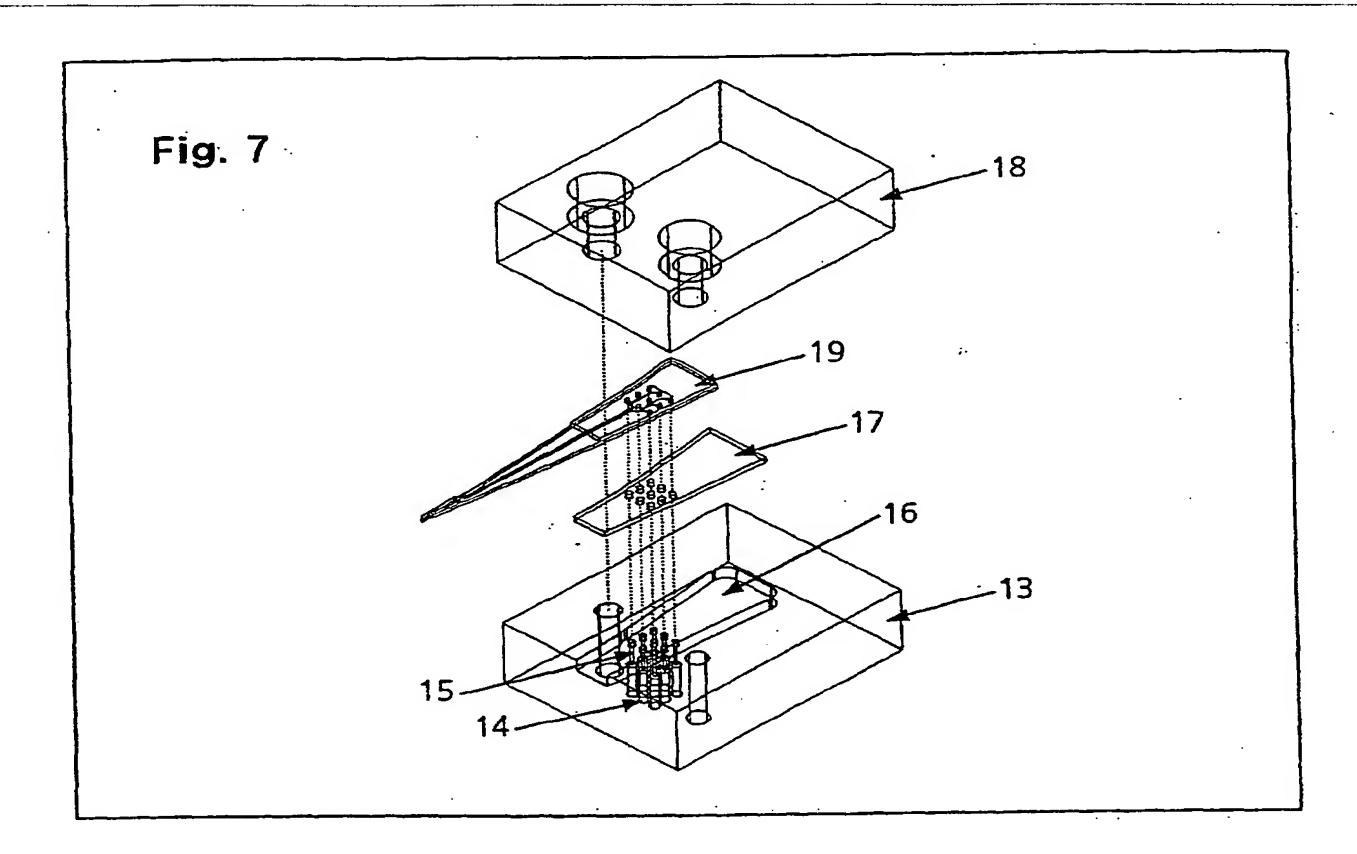








Nummer: Int. Cl.⁷: Offenlegungstag: DE 100 00 691 A1 B 05 B 1/00 26. Juli 2001



Nummer: Int. Cl.⁷: Offenlegungstag:

DE 100 00 691 A1 B 05 B 1/0026. Juli 2001

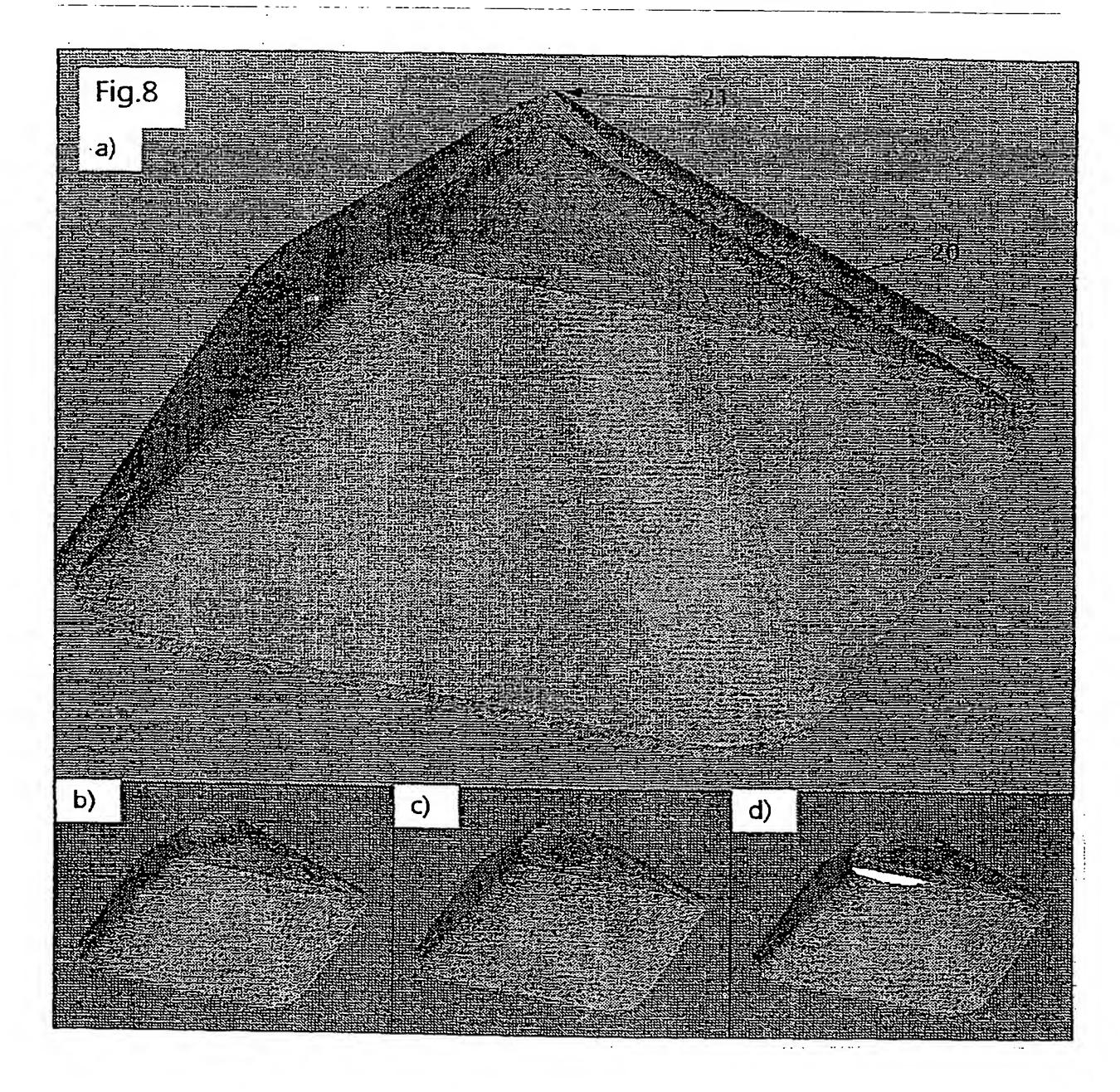
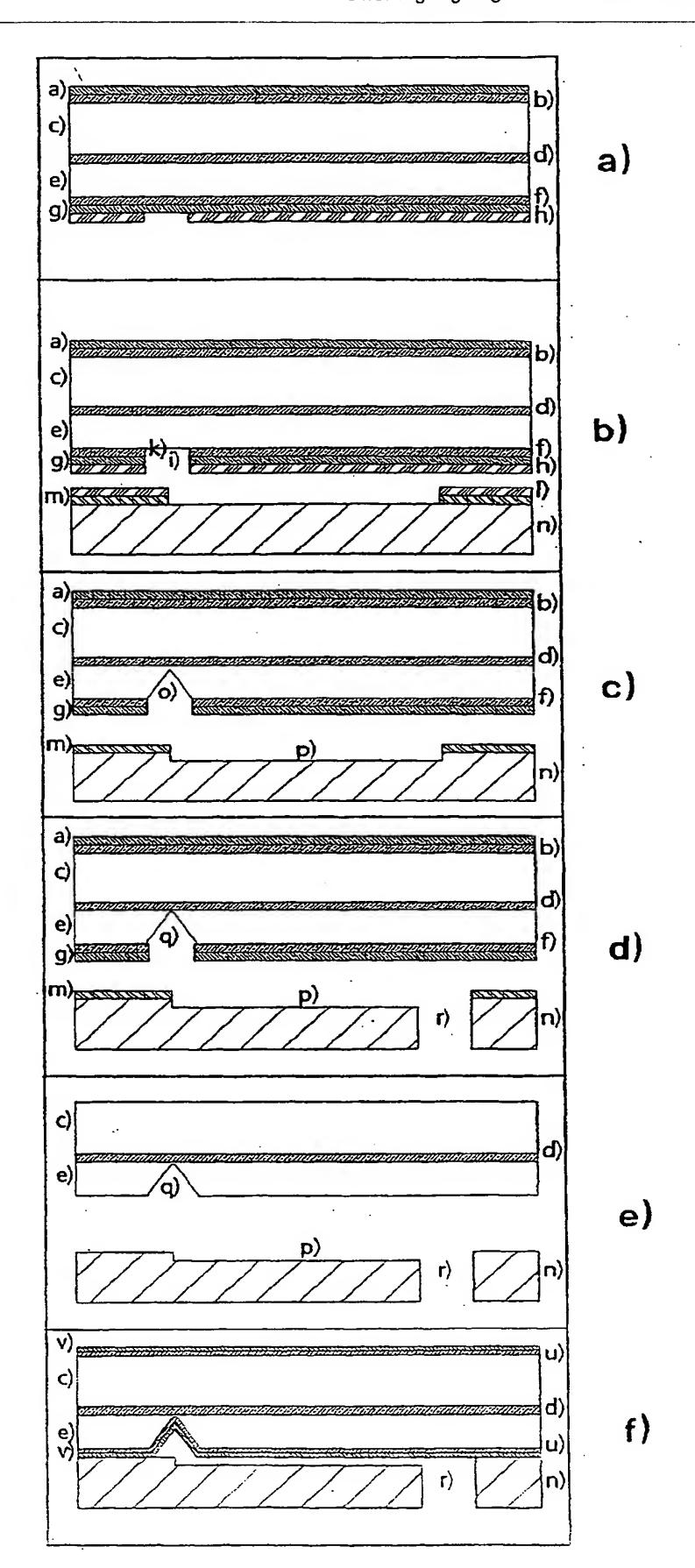


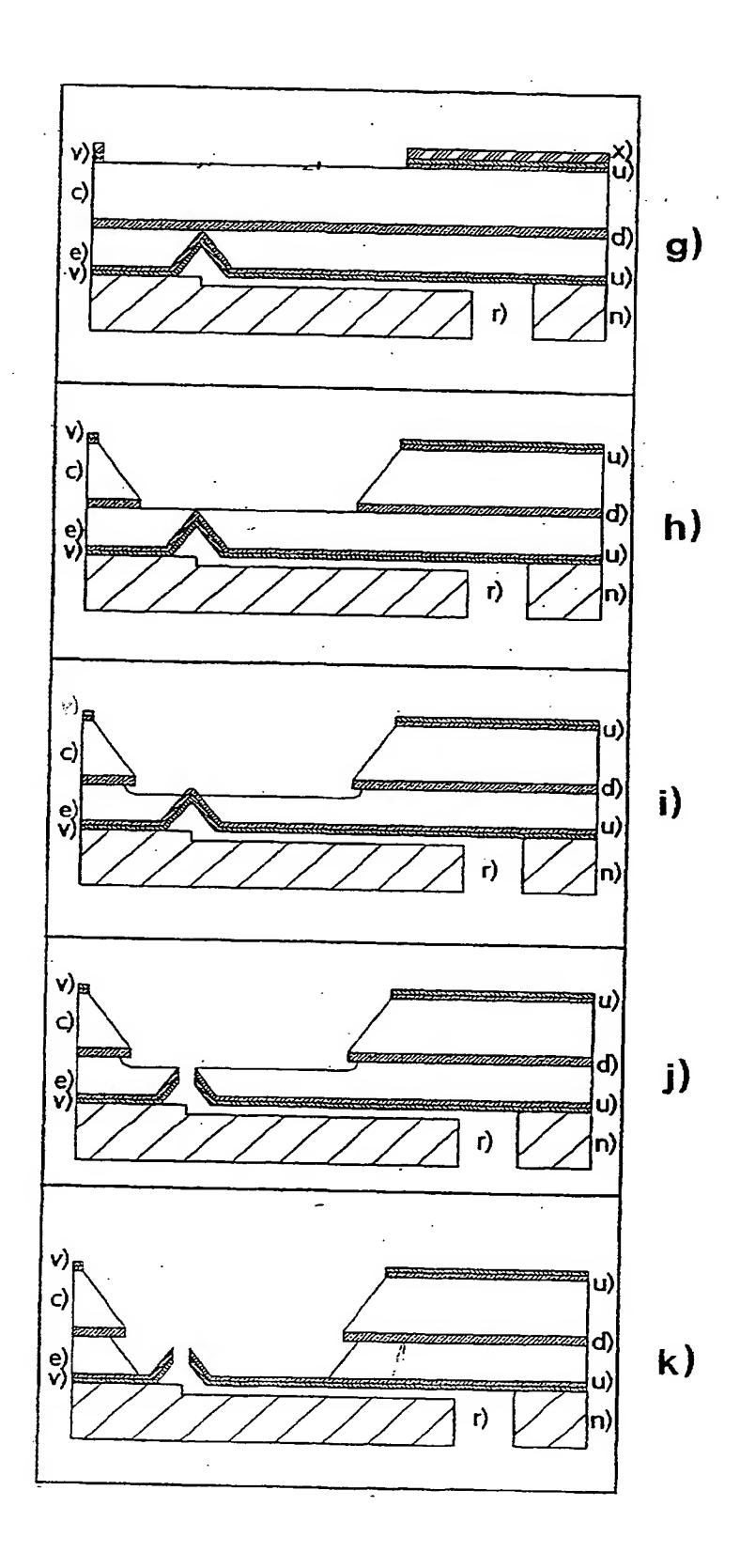
Fig. 9



Nummer: Int. Cl.⁷: Offenlegungstag:

DE 100 00 691 A1 B 05 B 1/0026. Juli 2001

Fig. 9



This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record.

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:
□ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
GRAY SCALE DOCUMENTS
LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
OTHER:

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)